

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Makoto KUBO, et al.

GAU:

SERIAL NO: New Application

EXAMINER:

FILED: Herewith

FOR: THICKENER

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.

Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e): Application No. Date Filed

Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2002-324777	November 8, 2002

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

are submitted herewith

will be submitted prior to payment of the Final Fee

were filed in prior application Serial No. filed

were submitted to the International Bureau in PCT Application Number
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

(A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and

(B) Application Serial No.(s)
 are submitted herewith
 will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

C. Irvin McClelland
Registration Number 21,124

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000
Fax. (703) 413-2220
(OSMMN 05/03)

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application: 2002年11月 8日

出願番号

Application Number: 特願2002-324777

[ST.10/C]:

[JP2002-324777]

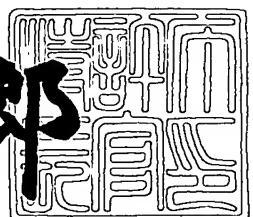
出願人

Applicant(s): 花王株式会社

2003年 6月20日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3048804

【書類名】 特許願
【整理番号】 102K0203
【提出日】 平成14年11月 8日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C07C217/00
【発明者】
【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研究所内
【氏名】 久保 誠
【発明者】
【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研究所内
【氏名】 金子 洋平
【特許出願人】
【識別番号】 000000918
【氏名又は名称】 花王株式会社
【代理人】
【識別番号】 100063897
【弁理士】
【氏名又は名称】 古谷 韶
【電話番号】 03(3663)7808
【選任した代理人】
【識別番号】 100076680
【弁理士】
【氏名又は名称】 溝部 孝彦
【選任した代理人】
【識別番号】 100087642
【弁理士】
【氏名又は名称】 古谷 聰
【選任した代理人】
【識別番号】 100091845

【弁理士】

【氏名又は名称】 持田 信二

【選任した代理人】

【識別番号】 100098408

【弁理士】

【氏名又は名称】 義経 和昌

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010685

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

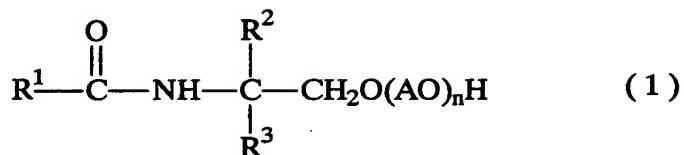
【書類名】 明細書

【発明の名称】 増粘剤

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)で表される脂肪酸アルカノールアミドからなる増粘剤。

【化1】



(式中、R¹は、少なくとも1個のヒドロキシル基により置換されていてもよい、炭素数5～21の直鎖又は分岐鎖アルキル基或いはアルケニル基、R²及びR³はそれぞれ独立に、炭素数1～2のアルキル基、AOは炭素数2～4のオキシアルキレン基、nは平均値で0～10の数を示す。)

【請求項2】 R²及びR³が共にメチル基である請求項1記載の増粘剤。

【請求項3】 請求項1又は2記載の増粘剤と、少なくとも1種の界面活性剤を含有する界面活性剤組成物。

【請求項4】 界面活性剤が、アニオン界面活性剤である請求項3記載の界面活性剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、常温で液状でハンドリング性に優れ、且つ、増粘作用や起泡性、低温安定性にも優れる増粘剤及びそれを含有する界面活性剤組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

洗浄剤は、それぞれの用途に応じた適度な粘性を付与させて、ハンドリング性を向上させているか、あるいは配合された水不溶性物質の分散性を保持するため

に、適時に系を増粘させている。

【0003】

一般的に、アルカノールアミド型界面活性剤やベタイン型界面活性剤、半極性型界面活性剤（アルキルジメチルアミンオキサイド等）が増粘剤として知られており、今日、数多くの洗浄剤用途に用いられている。

【0004】

アルカノールアミド型界面活性剤は、モノアルカノールアミド型、ジアルカノールアミド型に分類され、モノアルカノールアミド型は、増粘作用に優れるが、高融点であることから、ハンドリング性に優れた増粘剤とは言えない。一方、ジアルカノールアミド型は、配合安定性に優れるが、増粘性に必ずしも優れた基剤とは言えなかった。

【0005】

また、特許文献1にはトリメチロール型、特許文献2にはジアルカノール型の化合物が開示されているが、トリメチロール型は結晶性が高くハンドリング性や低温安定性に難があり、またジアルカノール型は、必ずしも増粘性に優れた基剤とは言えなかった。

【0006】

このような状況に鑑み、ハンドリング性や配合安定性に優れ、増粘性や増泡効果の高い、洗浄剤組成物等に好ましく用いられる増粘剤が望まれていた。

【0007】

【特許文献1】

米国特許第2927081号明細書

【特許文献2】

特開2001-131132号公報

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、ハンドリング性や配合安定性に優れ、高い増粘作用を有する増粘剤及びそれを含有する界面活性剤組成物を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】

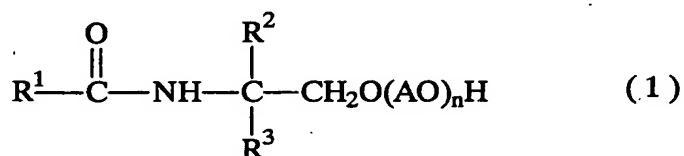
本発明者らは、特定の脂肪酸アルカノールアミド型化合物が、融点が低く常温で液状であるため、ハンドリング性に優れ、高い増粘作用を有し、各種界面活性剤に添加すると、高い増粘作用を有することを見出した。

【0010】

即ち本発明は、一般式(1)で表される脂肪酸アルカノールアミド(以下、化合物(1)という)からなる増粘剤、及びこの増粘剤と、少なくとも1種の界面活性剤を含有する界面活性剤組成物を提供する。

【0011】

【化2】



【0012】

(式中、R¹は、少なくとも1個のヒドロキシル基により置換されていてもよい、炭素数5～21の直鎖又は分岐鎖アルキル基或いはアルケニル基、R²及びR³はそれぞれ独立に、炭素数1～2のアルキル基、AOは炭素数2～4のオキシアルキレン基、nは平均値で0～10の数を示す。)

【0013】

【発明の実施の形態】

化合物(1)において、R¹は、少なくとも1個のヒドロキシル基により置換されていてもよい、炭素数5～21の直鎖又は分岐鎖アルキル基或いはアルケニル基を示すが、炭素数7～17のものが好ましい。具体的には、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、リシノール酸、12-ヒドロキシステアリン酸、イソステアリン酸等の脂肪酸からカルボキシル基を除いた残基が挙げられる。

【0014】

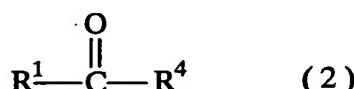
R^2 及び R^3 はそれぞれ独立に、炭素数1～2のアルキル基を示すが、 R^2 及び R^3 が共にメチル基であるものが好ましい。AOは炭素数2～4のオキシアルキレン基を示すが、オキシエチレン基が好ましい。 n はアルキレンオキサイドの平均付加モル数を示す、0～10の数であるが、0～5が好ましい。

【0015】

化合物(1)は、一般式(2)

【0016】

【化3】



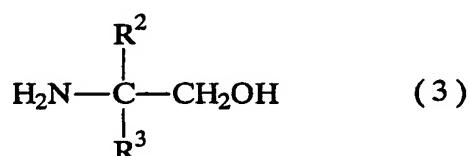
【0017】

[式中、 R^1 は前記の意味を示し、 R^4 は水酸基、炭素数1～3のアルコキシ基、式 $-CH_2CH(OY)-CH_2(OZ)$ で表される基(ここでY及びZは、それぞれ独立に、水素原子、又は少なくとも1個のヒドロキシル基により置換されていてもよい、炭素数6～22の直鎖又は分岐鎖アシル基を示す)、又はハロゲン原子を示す。]

で表される高級脂肪酸又はその誘導体(以下、脂肪酸成分(2)という)と、一般式(3)

【0018】

【化4】



【0019】

(式中、 R^2 及び R^3 は前記と同じ意味を示す。)

で表されるアルカノールアミン(以下、アミン(3)という)とを反応させ、更

に必要により炭素数2～4のアルキレンオキサイドを付加することにより製造することが出来る。

【0020】

化合物(1)の製造に用いられる脂肪酸成分(2)としては、例えばカプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、リシノール酸、12-ヒドロキシステアリン酸、イソステアリン酸等の脂肪酸；これら脂肪酸の低級アルキルエステル、例えばメチルエステル、エチルエステル等；これら脂肪酸のグリセライド、例えばヤシ油、パーム油、パーム核油等の天然油脂及びこれらの混合物；これら脂肪酸の塩素、臭素等のハロゲン化物等が挙げられる。これらの脂肪酸成分(2)の中では、脂肪酸、脂肪酸低級アルキルエステル、脂肪酸グリセライドが、無機塩の生成が伴わないので特に好ましい。

【0021】

アミン(3)としては、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール、2-アミノ-2-エチル-1-ブタノール等が挙げられるが、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノールが好ましい。

【0022】

化合物(1)の製造において、脂肪酸成分(2)とアミン(3)との反応は、一般に知られた反応条件で行うことができ、アルコラート等を用いた触媒下、あるいは無触媒下でも進行する。例えば、脂肪酸成分(2)として、脂肪酸メチルエステル等の脂肪酸低級アルキルエステルや、ヤシ油、パーム核油等の脂肪酸グリセライドを用いた場合、脂肪酸成分(2)とアミン(3)との反応温度は、ソディウムメチラートを触媒に用いた場合は、50～130℃の温度範囲で反応は進行し、触媒を用いずに反応させた場合は、130～220℃の反応温度で反応は進行する。また、脂肪酸成分(2)として、脂肪酸を用いた場合は、脂肪酸成分(2)とアミン(3)との反応は、120～220℃の反応温度で進行する。反応温度が高い場合は、生成物が分子内脱水を起こしてオキサゾリンを形成する場合がある。この場合には、水を添加して加水分解を行う必要がある。

【0023】

また、脂肪酸成分（2）として脂肪酸ハロゲン化物を用いる場合も、アミン（3）との反応は公知の方法で行うことができる。例えば、脂肪酸クロライドとアミン（3）の反応は、反応温度－20～50℃、有機溶媒共存下の水溶液系、もしくは水溶液系にアミン（3）を仕込み、脂肪酸クロライドとアルカリを同時に滴下しながら、系内pHを7～12にコントロールすることにより、反応は進行する。この場合の有機溶媒としては、アセトン、イソプロピルアルコール、ジエチルエーテル等が挙げられる。またアルカリとしては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム等が挙げられる。

【0024】

脂肪酸成分（2）に対するアミン（3）の仕込みモル比は、反応性及び経済的観点から、脂肪酸成分（2）が油脂以外の場合には、（2）：（3）=1：1～1：1.3の範囲が好ましく、さらに好ましくは1：1～1：1.01である。また、脂肪酸成分（2）が油脂の場合には、（2）：（3）=1：3.0～1：3.9の範囲が好ましく、1：3.0～1：3.3が更に好ましい。

【0025】

脂肪酸成分（2）とアミン（3）との反応により得られた反応生成物は、更に必要により炭素数2～4のアルキレンオキサイドを付加する。アルキレンオキサイドの付加反応は、公知の方法で行うことができる。例えば、80～200℃、好ましくは80～130℃の温度下で、アルキレンオキサイドを連続的あるいは断続的に加圧密閉容器中に仕込んで反応させるか、又は一括で仕込み反応させることによりアルキレンオキサイド付加物を容易に製造することができる。

【0026】

反応終了後に得られた化合物（1）は、実際の使用に差し支えの無い範囲で、未反応物や副生成物を含んでいてもよい。

【0027】

本発明の化合物（1）は、界面活性剤との配合により、配合組成物の粘度を上昇させることができ、これらの増粘剤として有用である。また、起泡性を改善する効果も有する。

【0028】

界面活性剤としては、アニオン界面活性剤、両性界面活性剤、カチオン界面活性剤、ノニオン界面活性剤、半極性界面活性剤（アルキルジメチルアミノキサイド等）等が挙げられ、特にアニオン界面活性剤系での増粘作用が顕著である。

【0029】

本発明に用いられるアニオン界面活性剤としては、例えばアルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキル脂肪酸塩、アルキルfosfate塩、アシル化アミノ酸塩、アルキルアミドエーテル硫酸塩等が挙げられる。これらのアニオン界面活性剤のアルキル基としては炭素数5～30、特に8～18のものが好ましく、アシル基としては炭素数6～31、特に7～17のものが好ましい。また塩としては、アルカリ金属塩、アンモニウム塩、総炭素数1～22のアルキル若しくはアルケニルアミン塩、総炭素数1～22のアルカノールアミン塩、塩基性アミノ酸塩等が挙げられ、好ましくはアルカリ金属塩、特に好ましくはナトリウム塩、カリウム塩である。

【0030】

化合物（1）及び界面活性剤を含有する本発明の界面活性剤組成物において、化合物（1）の含有量は、0.1～50重量%が好ましく、0.5～20重量%が更に好ましい。また、界面活性剤の含有量は0.5～90重量%が好ましく、1～50重量%が更に好ましい。

【0031】

本発明の化合物（1）は、ハウスホールドやパーソナルケア用途等の洗浄剤や化粧料等に配合することができ、これらに配合する場合の化合物（1）の配合割合は、特に制限されないが、洗浄剤や化粧料中0.1～50重量%が好ましく、0.5～20重量%が特に好ましい。また洗浄剤の用途に応じて、化合物（1）と各種界面活性剤との2成分系、あるいは各種界面活性剤を組み合わせた中に化合物（1）を添加しても差し支えない。

【0032】

【実施例】

合成例1

温度計、攪拌機、窒素吹き込み管、還流冷却器を備えた1リットル容の反応器中に、ラウリン酸メチルエステル214g (MW 214、1モル) と2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール91g (MW 89.1、1.02モル) を仕込み、窒素を吹き込みながら、85℃迄昇温し、28%ソジウムメチラート5gを添加し、その後、3時間保持した。反応の終了は、ガスクロマトグラフィーにより、残存のラウリン酸メチルエステルが1%未満になったことを確認して、冷却を行った。

【0033】

合成例2

合成例1と同様の反応容器に、ヤシ油217g (MW 657.5、0.33モル) と2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール90g (1.01モル) を仕込み、窒素を吹き込みながら、85℃迄昇温し、28%ソジウムメチラート5gを添加し、その後、3時間保持した。反応の終了は、ガスクロマトグラフィーにより、残存のヤシ油が1%未満になったことを確認して、冷却を行った。

【0034】

合成例3

合成例1と同様の反応容器に、パーム核油226.4g (MW 686.0、0.33モル) と2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール90g (1.01モル) を仕込み、窒素を吹き込みながら、85℃迄昇温し、28%ソジウムメチラート5gを添加し、その後、3時間保持した。反応の終了は、ガスクロマトグラフィーにより、残存のパーム核油が1%未満になったことを確認して、冷却を行った。

【0035】

合成例4

合成例1と同様の反応容器に、ラウリン酸メチルエステル214g (1モル) と2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール91g (1.02モル) を仕込み、窒素を吹き込みながら、85℃迄昇温し、28%ソジウムメチラート5gを添加し、その後、3時間保持した。反応の終了は、ガスクロマトグラフィーにより、残存のラウリン酸メチルエステルが1%未満になったことを確認して、冷却を

行った。

【0036】

次にこの全量を1リットルの耐圧性反応容器に仕込み、窒素置換を行った後に昇温して100℃に到達した時に、エチレンオキサイド44g (MW 44) を10分間で仕込んだ。その後、1時間保持した後に冷却して反応を終了した。エチレンオキサイド平均付加モルは、1.0である。

【0037】

実施例1

合成例1～4で得られた脂肪酸アルカノールアミド、及び表1に示す比較化合物から選ばれた増粘剤を、界面活性剤〔ポリオキシエチレン（平均EO付加モル数=2）ラウリルエーテル硫酸ナトリウム〕に、表1に示す濃度で配合した水溶液について、以下の条件で粘度を測定した。また各増粘剤について、毛管加熱法により融点を測定した。その結果を表1に示す。

【0038】

<粘度測定条件>

増粘剤と界面活性剤の合計濃度：20重量%

測定pH：7.0

測定温度：25℃

粘度計：B型粘度計

【0039】

【表1】

増粘剤	配合量*	粘度 (mPa·s)				融点 (°C)	
		配合量* (重量%)					
		0	1	3	5		
本発明品	合成例1の脂肪酸アルカノールアミド	8	36	1300	29000	24	
	合成例2の脂肪酸アルカノールアミド	8	25	170	4500	-5.5	
	合成例3の脂肪酸アルカノールアミド	8	30	230	5600	-6.8	
	合成例4の脂肪酸アルカノールアミド	8	36	280	7200	22	
比較品	ラウリン酸ジエタノールアミド	8	20	156	3600	40	
	ヤシ脂肪酸モノエタノールアミド	8	35	1500	13000	70	
	ラウリン酸モノエタノールアミド	8	38	1800	白濁	95	

*: 水溶液中の増粘剤の濃度

【0040】

【発明の効果】

本発明の増粘剤は、融点が低く常温で液状であるため、ハンドリング性や配合安定性に優れ、また高い増粘作用を有し、各種界面活性剤に配合することにより、高い増粘性を付与することができる。

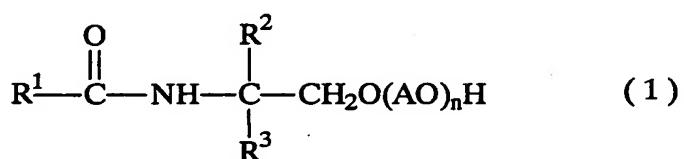
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ハンドリング性や配合安定性に優れ、高い増粘作用を有する増粘剤及びそれを含有する界面活性剤組成物の提供。

【解決手段】 一般式(1)で表される脂肪酸アルカノールアミドからなる増粘剤、及びこの増粘剤と、少なくとも1種の界面活性剤を含有する界面活性剤組成物。

【化1】



(式中、R¹は、少なくとも1個のヒドロキシル基により置換されていてもよい、炭素数5～21の直鎖又は分岐鎖アルキル基或いはアルケニル基、R²及びR³は炭素数1～2のアルキル基、AOは炭素数2～4のオキシアルキレン基、nは平均値で0～10の数を示す。)

【選択図】 なし

出願人履歴情報

識別番号 [00000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
氏 名 花王株式会社

2. 変更年月日 2003年 4月18日

[変更理由] 名称変更

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
氏 名 花王株式会社